

**Н. Н. Никульченков*, З. З. Лутфиева,
А. С. Юровских, С. В. Данилов, П. Л. Резник**

Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург
*nikolai.nikulchenkov@urfu.ru,
Научный руководитель — проф., д-р техн. наук М. Л. Лобанов

ВЛИЯНИЕ МЕДИ И МАРГАНЦА НА ПРОЦЕСС АМОРФИЗАЦИИ В ТОНКОЙ ПЛЕНКЕ Fe–Si–Mg–O

Методом рентгеновского фазового анализа определялось влияние меди и марганца на процесс аморфизации в поверхностном слое технических сплавов Fe–3%Si при отжиге в интервал температур α – γ -перехода.

Ключевые слова: аморфизация, рентгеновский фазовый анализ, Fe–3%Si, фазовый переход, термостабильность.

**N. N. Nikul'chenkov, Z. Z. Lutfieva,
A. S. Yurovskikh, S. V. Danilov, P. L. Reznik**

EFFECT OF COPPER AND MANGANESE ON THIN FILM Fe–Si–Mg–O AMORPHIZATION PROCESS

Effect of copper and manganese on amorphization process in Fe–3%Si outer zone with α – γ temperature interval annealing was determining, using non-ambient x-ray diffraction method.

Key words: amorphization, non-ambient x-ray diffraction, Fe–3%Si, phase transition, thermal stability.

При исследовании области взаимодействия технического сплава Fe–3%Si, после обезуглероживающего отжига [1–3] с термостойким покрытием MgO + 4%H₂O [4, 5] был обнаружен эффект аморфизации в тонком слое [6]. В любом из образцов, полученных в результате градиентного отжига, при их последующем нагреве фиксировалось возникновение гало, характерного для аморфного состояния вещества, которое увеличивалось с повышением температуры. В области высоких температур 1000–1100 °С гало несколько уменьшалось. При охлаждении образцов, нагретых до 1100 °С, наблюдался обратный эффект: уве-

личение гало с последующим его уменьшением до комнатной температуры [6].

Было сделано предположение: зафиксированный эффект объясняется тем, что в температурном интервале метастабильности кристаллической решетки α -Fe (в интервале температур $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения) наиболее дисперсные оксидные фазы $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$, $(\text{MgFe})\text{O}$ растворяются с переходом в твердый раствор комплексов $\text{Me}-\text{O}$ с выраженной ковалентной связью. При большом количестве в растворе подобных хаотично расположенных комплексов периодическое строение кристаллической решетки сплава исчезает. При этом данное состояние, за счет большого количества ковалентных связей между элементами, оказывается достаточно стабильным по отношению как к дальнейшему нагреву, так и к обратному фазовому переходу при охлаждении [6].

Цель настоящей работы — изучить влияние Cu и Mn, содержащихся в исходном твердом растворе на основе Fe–3%Si, на эффект аморфизации в поверхностном слое обезуглероженного сплава.

Для исследования влияния исходного состава технического сплава Fe — 3%Si и Fe–3%Si–0,5%Cu–0,3%Mn промышленные образцы отбирались после высокотемпературного отжига (ВТО) электротехнической анизотропной стали с нанесенным термостойким покрытием, т. е. они представляли собой ферромагнитную основу Fe — 3%Si и грунтовый слой (Glass Film), сформированный за счет взаимодействия MgO с поверхностью материала при ВТО.

Рентгеновский фазовый анализ поверхности образцов проводили на дифрактометре Bruker D8 Advance в излучении $K\alpha$ Co с использованием высокотемпературной вакуумной камеры. Съемки дифрактограмм производились в изотермических условиях с шагом 50 °C в интервале температур 20–1100 °C.

Рентгеновский фазовый анализ обоих типов образцов показал (рис. 1), что в области низких температур наблюдается сравнительно небольшое количество аморфной фазы. С температурой нагрева оно увеличивается. Максимальное количество аморфной фазы фиксируется при температурах выше аустенитизации твердого раствора на основе Fe (950–1100 °C). При дальнейшем охлаждении количество аморфной фазы снижается до минимального. Причем приблизительно того же количества, которое было до отжига.

При температуре возможного $\alpha \rightarrow \gamma$ -перехода для образца без Cu (рис. 1, а, б) наблюдался резкий скачок в количестве аморфной фазы, в отличие от образца с медью (рис. 1, в, г), где изменение количества аморфной фазы происходило более плавно. Кроме того, при наличии

Си в исходном твердом растворе начиная с температуры выше 700 °С гало, соответствующее аморфной фазе, приобретало бимодальный характер, то есть распадалось на два гало (рис. 1, в, г) с максимумами на 49,5 и 53,5° по шкале 2θ. Фактически можно говорить о возникновении двух аморфных фаз, отличающихся средним межатомным расстоянием. При охлаждении происходили процессы, обратные нагреву. То есть при температурах ниже 800 °С бимодальность гало практически исчезала, при этом чем ниже температура, тем меньше количество аморфной фазы.

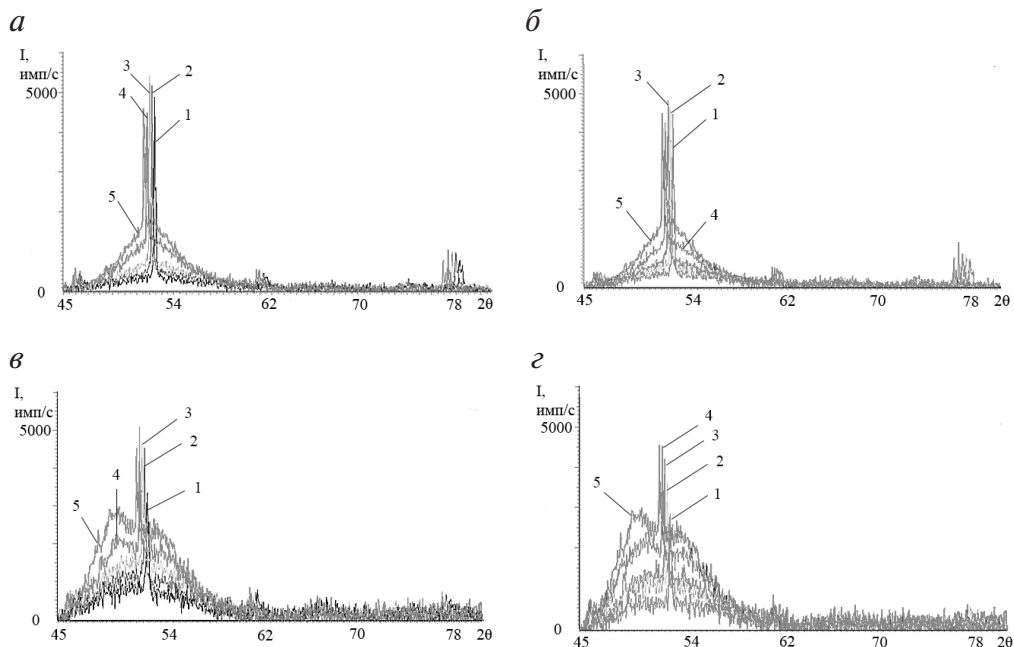


Рис. 1. Дифрактограммы сплавов Fe–3%Si (а, б) и Fe–3%Si–0,5%Cu–0,3%Mn (в, г) при нагреве (а, в) и охлаждении (б, г); 1–50 °С, 2–300 °С, 3–550 °С, 4–800 °С, 5–1050 °С

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Lobanov M. L., Rusakov G. M., Redikul'tsev A. A. Electrotechnical anisotropic steel. Part 1. History of development // Metal Science and Heat Treatment. 2011. V. 53(7–8). P. 326–332.
- 2 Decarburizing annealing of technical alloy Fe — 3 % Si / M. L. Lobanov [et. al.] // Metal Science and Heat Treatment. 2005. 47 (9–10). P. 478–483.
- 3 A TEM Study of Oxide Layers Formed during Decarburization Annealing of Electrical Steel / S. Jung [et. al.] // ISIJ International. 2011. V. 51. P. 1163–1168.
- 4 Lobanov M. L., Yurovskih A. S. Thermochemical Treatment of Anisotropic Electrical Steel // Metal Science and Heat Treatment. 2017. V. 58. P. 667–673.
- 5 Пужевич Р. Б., Борисенко В. Г., Шварцман Л. А. Взаимодействие термоизо-

ляционного покрытия с поверхностью электротехнической стали при высокотемпературном отжиге // МиТОМ. 1986. № 9. С. 75–78.

- 6 Лутфиева З. З., Лукьянова Е. В., Юровских А. С. Высокотемпературная аморфизация в тонкой пленке системы Fe–Si–Mg–O // Уральская школа молодых металловедов. Екатеринбург : УрФУ, 2016. С. 309–313.